

XP-002197640

④

AN - 1998-183590 [17]
AP - JP19960192024 19960722
CPY - SUMO
DC - A14 A89 L03 P81
DR - 1715-U 1894-U
FS - CPI;GMPI
IC - B29C55/02 ; B29D11/00 ; B29K29/00 ; B29L7/00 ; B29L11/00 ; C08J5/18 ;
G02B5/30
MC - A10-E09B2 A11-A02A A12-L03B L03-G02 L03-G05B
PA - (SUMO) SUMITOMO CHEM CO LTD
PN - JP10039137 A 19980213 DW199817 G02B5/30 005pp
PR - JP19960192024 19960722
XA - C1998-058775
XIC - B29C-055/02 ; B29D-011/00 ; B29K-029/00 ; B29L-007/00 ; B29L-011/00 ;
C08J-005/18 ; G02B-005/30
XP - N1998-145434
AB - J10039137 PVA film is heated to 50-100 deg. C to decrease moisture
content to less than 4 wt%, and then uniaxially oriented to
manufacture light polarising film.
- USE - The light polarising film is used for LCD.
- ADVANTAGE - The light polarising film has small fluctuation of light
transmittance and light polarising degree, and has optical uniformity.
- (Dwg.0/0)
IW - LIGHT POLARISE FILM PRODUCE COMPRISE HEAT PVA FILM DECREASE MOIST
CONTENT UNIAXIAL ORIENT
IKW - LIGHT POLARISE FILM PRODUCE COMPRISE HEAT PVA FILM DECREASE MOIST
CONTENT UNIAXIAL ORIENT
NC - 001
OPD - 1996-07-22
ORD - 1998-02-13
PAW - (SUMO) SUMITOMO CHEM CO LTD
TI - Light polarising film production - comprises heating PVA film to
decrease moisture content, and then uniaxially orienting
A01 - [001] 018 ; P1707 P1694 D01 ; S9999 S1285-R ;
- [002] 018 ; ND07 ; K9416 ; K9574 K9483 ; Q9999 Q7818-R ; B9999
B4342 B4240 ; Q9999 Q8322 Q8264 ; ND10 ; Q9999 Q7283 ; B9999 B4455
B4240 ; ND09 ;
- [003] 018 ; N9999 N6780-R N6655 ; N9999 N6177-R ; N9999 N5936 N5914
; B9999 B5174 B5152 B4740 ; N9999 N6882 N6655 ; N9999 N7227 N7023 ;
N9999 N7147 N7034 N7023 ; B9999 B5447 B5414 B5403 B5276 ; N9999
N7192 N7023 ;
A02 - [001] 018 ; P1707 P1694 D01 ; S9999 S1514 S1456 ;
- [002] 018 ; ND07 ; K9416 ; K9574 K9483 ; Q9999 Q7818-R ; B9999
B4342 B4240 ; Q9999 Q8322 Q8264 ; ND10 ; Q9999 Q7283 ; B9999 B4455
B4240 ; ND09 ;
- [003] 018 ; N9999 N7147 N7034 N7023 ; Q9999 Q7158-R Q7114 ;
A03 - [001] 018 ; R01835 G3678 G3634 D01 D03 D11 D10 D23 D22 D31 D42 D50
D60 D76 D92 F24 F34 F38 F35 H0293 P0599 G3623 ; S9999 S1285-R ;
- [002] 018 ; ND07 ; K9416 ; K9574 K9483 ; Q9999 Q7818-R ; B9999
B4342 B4240 ; Q9999 Q8322 Q8264 ; ND10 ; Q9999 Q7283 ; B9999 B4455
B4240 ; ND09 ;

- [003] 018 ; K9712 K9676 ; N9999 N7192 N7023 ;

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-39137

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月13日

(51) IntCl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 5/30			G 0 2 B 5/30	
B 2 9 C 55/02			B 2 9 C 55/02	
B 2 9 D 11/00			B 2 9 D 11/00	
C 0 8 J 5/18	CEX		C 0 8 J 5/18	CEX
// B 2 9 K 29:00				

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平8-192024

(22) 出願日 平成8年(1996) 7月22日

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 熊谷 孝

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内

(72) 発明者 能木 直安

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

(54) 【発明の名称】 偏光フィルムの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 光線透過率、偏光度の面内ばらつきが少なく光学的均一性に優れた偏光フィルムの製造方法を提供する。

【解決手段】 ポリビニルアルコール系フィルムを乾式法で一軸延伸して偏光フィルムを製造する方法において、ポリビニルアルコール系フィルムをフィルム表面温度が50℃～100℃の温度で加熱して含水率を4重量%以下に調整した後、一軸延伸することによって、光線透過率、偏光度の面内ばらつきが少なく光学的均一性に優れた偏光フィルムが得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリビニルアルコール系フィルムを乾式法で一軸延伸して偏光フィルムを製造する方法において、ポリビニルアルコール系フィルムをフィルム表面温度が50℃～100℃の温度で加熱して含水率を4重量%以下に調整した後、一軸延伸することを特徴とする偏光フィルムの製造方法。

【請求項2】 一軸延伸後、ホウ酸処理することを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項3】 フィルム表面温度が70℃～100℃の温度で加熱する請求項1記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリビニルアルコール系偏光フィルムの製造法に関する。さらに詳しくは、乾式一軸延伸法による偏光フィルムの製造法の改良に関する。

【0002】

【従来の技術】現在、液晶表示用として用いられている偏光板としては、ポリビニルアルコール系フィルムを一軸延伸により配向させた基材にヨウ素や二色性染料を吸着させた偏光フィルムを透明樹脂層で保護した構造のものが一般的に製造されている。最近、液晶表示装置の用途の拡大、大型化、高性能化に伴い、偏光フィルムについても特に光学的均一性、耐久性に優れたものが求められている。特開平7-151912号公報には、ポリビニルアルコール系フィルムを製膜した後、含水率10重量%以上とし、60～150℃で一軸延伸したフィルムを染色処理し、偏光性能、耐久性、フィルム外観に優れた偏光フィルムを得る方法が提案されている。また、特開平6-289225号公報には、ビニルアルコール系樹脂に対して可塑剤を15重量%以上含有した溶液から製膜してなるフィルムを一軸延伸することにより高偏光度かつ光線透過率の変動のない偏光膜を得る方法が示されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、特開平7-151912号公報に記載の方法は、フィルム中の含水率を10重量%以上にして一軸延伸を行っているが、大気中、あるいは不活性雰囲気中でポリビニルアルコール系樹脂のガラス転移点以上の温度で乾式一軸延伸した場合、水分の蒸発量が多く、またその蒸発のばらつきが大きくなり、フィルムの熱履歴にばらつきが生じるためと考えられるが、フィルムを構成しているポリビニルアルコール系樹脂の結晶化速度が異なる部分が生じ、結果としてフィルムに結晶化度のばらつきが生じる。また、特開平6-289225号公報に記載の方法においても、たとえ可塑剤を15重量%以上含有させたとしても、含水率が高い場合同様の現象が生じフィルムに結晶化度のばらつきが生じる。これらの結晶化度のばらつき

を有する延伸フィルムを染色処理して偏光フィルムとした場合、結晶化度の異なる部分は染色性が異なるために光線透過率、偏光度の面内ばらつきが大きくなり、必ずしも光学的均一性を満足させるには十分とはいえない。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者はかかる事情に鑑み、光学的均一性に優れた偏光フィルムについて鋭意検討した結果、ポリビニルアルコール系フィルムを乾式法で一軸延伸するにあたり、フィルム表面温度が100℃以下の温度で加熱して含水率を4重量%以下に調整した後、一軸延伸することによって、光線透過率、偏光度の面内ばらつきが少なく光学的均一性に優れた偏光フィルムが得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0005】すなわち本発明は、ポリビニルアルコール系フィルムを乾式法で一軸延伸して偏光フィルムを製造する方法において、ポリビニルアルコール系フィルムをフィルム表面温度が50℃～100℃の温度で加熱して含水率を4重量%以下に調整した後、一軸延伸することを中心とする偏光フィルムの製造方法である。

【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。ポリビニルアルコール系フィルムを乾式法で一軸延伸して偏光フィルムを製造する方法としては、通常、ポリビニルアルコール系樹脂を製膜して得られるフィルムを一軸延伸し、二色性物質であるヨウ素または染料を染色し、次いでホウ酸含有水溶液で処理する方法、この方法において染色とホウ酸処理を同時に行う方法、更にポリビニルアルコール系樹脂に二色性物質を混合して製膜して得られるフィルムを一軸延伸し、次いでホウ酸含有水溶液で処理する方法が挙げられる。このようにして得られる偏光フィルムは、実用上必要な強度を付与するためにその両面あるいは片面に光学的透明性と機械的強度に優れた保護フィルムを貼合して偏光板とし、実用に供される（以下、偏光フィルムに保護フィルムを貼合したものを偏光板と称する。）

本発明においては、予めポリビニルアルコール系フィルムをフィルム表面温度が50～100℃の温度で加熱して含水率を4重量%以下に調整した後、一軸延伸することを特徴とするものである。

【0007】本発明で用いられるポリビニルアルコール系フィルムは特に限定されるものではなく、ポリビニルアルコールフィルム、ポリビニルホルマール、ポリビニルアセタール等のポリビニルアルコールとアルデヒドの反応物のフィルム、ポリ（エチレン-酢ビ）共重合体のケン化物のフィルム等が挙げられる。

【0008】ポリビニルアルコール系フィルムの厚みは特に限定されるものではなく、例えば、50～150μm程度のものが用いられる。ポリビニルアルコールの重

台度は、例えば、1000～10000程度のものが用いられる。ポリビニルアルコールのケン化度は、例えば、約80～100モル%のものが用いられる。

【0009】ポリビニルアルコール系フィルムの製造方法は特に限定されるものではなく、一般的には厚み精度、光線透過率などの面より溶媒キャスト法によって製造されたものが好適に用いられる。

【0010】ポリビニルアルコール系フィルムの製膜時、場合によって可塑剤を添加することができる。可塑剤の種類としては一般的に用いられているものが使用でき、例えば、各種のポリオールおよびその縮合物が挙げられ、中でもグリセリン、ジグリセリン、トリグリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、分子量2000以下のポリエチレングリコールなどが好ましい。添加量については特に限定されず加工条件により適時選べばよいが、一般的には5～20重量%程度である。

【0011】ポリビニルアルコール系フィルムを乾式で一軸延伸する前に、ポリビニルアルコール系フィルムの含水率は4重量%以下であること、および4重量%以下に調整するために加熱する際にはフィルム表面温度が100℃以下で行なうことが必須である。ポリビニルアルコール系フィルムの含水率が4重量%を超えると光学的均一性が不十分になる。この水分率に調整するには製膜工程に乾燥工程を設置し行うか、製膜、乾燥終了後に含水率調整工程を設けて行う。含水率調整時の加熱方法としては特に限定されないが、電熱ヒーター、温風発生装置、マイクロ波加熱、熱媒で加熱したドラム、ベルト、ロール等の手段を単独あるいは2つ以上組み合わせ用いることができる。この加熱時のフィルム表面の温度が100℃以下であることが必須であり、100℃を超えると水分の蒸発には効率が悪いが、得られる偏光フィルムの光学的均一性が不十分になる。おそらくポリマーの結晶化が局部的に進行し、むらが生じているものと推測される。効率、効果の面から50℃～100℃、好ましくは70℃～100℃以下の範囲で行う。

【0012】含水率を4重量%以下に調整したポリビニルアルコール系フィルムは、次いで乾式延伸法にて一軸延伸により配向処理を行う。延伸装置としては特に限定されないがロール延伸機、テンター延伸機等、一般的に用いられているものを用いればよい。延伸温度は目的と用いるポリビニルアルコール系フィルムの物性によって最適な温度を選べばよいが、一般的には50℃～200℃程度、好ましくは80℃～150℃程度の範囲である。延伸時の雰囲気は一般的には大気であるが場合によっては窒素等の不活性ガスを用いても良い。延伸倍率は特に限定されないが、一般的には3倍以上である。

【0013】二色性物質を含有しないポリビニルアルコール系フィルムを一軸延伸した場合に、次いで二色性物質であるヨウ素または染料の染色処理を行う。通常、二

色性物質を溶解させた溶液中にポリビニルアルコール系フィルムを浸漬する方法が挙げられる。二色性物質としてヨウ素を用いる場合には、ヨウ素を溶解するためにヨウ化カリウムを同時に存在させた水溶液を調製し、そのヨウ素-ヨウ化カリウム水溶液を用いることが一般的である。また二色性の染料を用いる場合には染料水溶液を用いる。

【0014】一軸延伸および二色性物質で染色されたポリビニルアルコール系フィルムは、通常、ホウ酸、ホウ砂水溶液を用いて耐久化処理を行う。配向したポリビニルアルコール分子鎖をホウ酸、ホウ砂で処理することによりポリビニルアルコール分子中の水酸基間を架橋反応させ、配向を固定化することにより耐久性が向上し、偏光フィルムとして好適に用いることができるようになる。ホウ酸処理の方法は均一に処理できる方法であれば特に限定されるものでなく、該フィルムをホウ酸、ホウ砂水溶液中に浸漬する方法、ホウ酸、ホウ砂水溶液を噴霧する方法などがある。二色性物質としてヨウ素を用いる場合においては、ヨウ化カリウムが同時に存在する水溶液を用いることが好ましい。ホウ酸、ホウ砂の量は特に限定されず、所望の性能が得られる量を任意に選択することができる。

【0015】ホウ酸処理が終了して得られる偏光フィルムは、次に乾燥させる。場合によって、乾燥させる前に水洗等の洗浄を行う。乾燥方法としては特に限定されず、熱風乾燥、ヒーター等による輻射加熱、マイクロ波による加熱など任意の方法が選択できる。

【0016】通常、得られた偏光フィルムに実用上必要な強度を付与するためにその両面あるいは片面に光学的透明性と機械的強度に優れた保護フィルムを貼合して偏光板とし、実用に供される。保護フィルムとして使用される一般的なものとして、セルロースアセテート系、アクリル系、ポリエステル系、ポリカーボネート系、ポリオレフィン系、ポリスルホン系などの非晶質透明樹脂のフィルムが好適に用いられる。

【0017】

【発明の効果】本発明の方法で製造される偏光フィルムは、面内の光線透過率、偏光度のばらつきが少なく光学的均一性に優れ、大画面の液晶表示装置の高性能化に非常に有用である。

【0018】

【実施例】以下、実施例、比較例を挙げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらに限るものではない。

(1) 光線透過率、偏光度は、日本電子機械工業規格(EIAJ)LD-201-1983に準拠し、分光光度計(島津製作所製UV-2200)を用いて偏光板の面内を10点測定し、その平均値で示した。光線透過率、偏光度の面内ばらつきは、得られた偏光板の面内を10点測定し、その最大値と最小値の差で示した。

(2) ポリビニルアルコール系フィルムの含水率は、乾燥前フィルムの重量を W_1 、50℃で16時間真空乾燥後の重量を W_2 として、下式 数1によって求めた。

$$\text{【数1】含水率(重量\%)} = [(W_1 - W_2) / W_1] \times 100$$

(3) フィルム表面温度は、安立電機製タイプE表面温度計を用いて測定した。

【0019】実施例1

含水率が8.3重量%の厚さ75 μ mのポリビニルアルコールフィルム(平均重合度1700、ケン化度99.9%)をフィルム表面温度75℃で熱風乾燥を行い、含水率を2.0%に調整したフィルムを得た。このフィルムをロール延伸機を用い、延伸温度110℃で延伸倍率5.0倍に乾式延伸を行い、次いで緊張状態を保ったままヨウ素及びヨウ化カリウムを含む25℃の水溶液(ヨウ素/ヨウ化カリウム/水=0.05/5/100(重量比))に60秒間浸漬した。更に、ヨウ化カリウム及びホウ酸を含む65℃の水溶液(ヨウ化カリウム/ホウ酸/水=6/7/100(重量比))に300秒間浸漬した。25℃の純水で20秒間水洗した後、50℃で10分間乾燥して偏光フィルムを得た。次にこの偏光フィルムにポリビニルアルコール水溶液(平均重合度1700、ケン化度99.7%のポリビニルアルコール粉末/純水=3/100(重量比))を両面に塗布し、トリアセチルセルロースフィルム(フジタックUV80、厚さ80 μ m)を貼合し、60℃で20分間乾燥し、偏光板を得た。得られた偏光板の光線透過率は43.3%、偏光度は99.9%であった。光線透過率の面内ばらつきは0.05%、偏光度の面内ばらつきは0.01%であった。

【0020】実施例2

実施例1と同じ材料を使用し、フィルム表面温度85℃で熱風乾燥を行い、ポリビニルアルコールフィルムの含水率を1.1%とした以外は、実施例1と同様に行った。得られた偏光板の光線透過率は42.9%、偏光度は99.9%であった。光線透過率の面内ばらつきは *

*0.04%、偏光度の面内ばらつきは0.01%であった。

【0021】実施例3

実施例1と同じ材料を使用し、フィルム表面温度75℃で熱風乾燥を行い、ポリビニルアルコールフィルムの含水率を3.6%とした以外は、実施例1と同様に行った。得られた偏光板の光線透過率は43.1%、偏光度は99.9%であった。光線透過率の面内ばらつきは0.05%、偏光度の面内ばらつきは0.01%であった。

【0022】比較例1

実施例1と同じ材料を使用し、フィルム表面温度75℃で熱風乾燥を行い、ポリビニルアルコールフィルムの含水率を4.5%とした以外は、実施例1と同様に行った。得られた偏光板の光線透過率は42.9%、偏光度は99.9%であった。光線透過率の面内ばらつきは0.80%、偏光度の面内ばらつきは0.07%であった。

【0023】比較例2

実施例1と同じ材料を使用し、フィルム表面温度75℃で熱風乾燥を行い、ポリビニルアルコールフィルムの含水率を6.3%とした以外は、実施例1と同様に行った。得られた偏光板の光線透過率は42.8%、偏光度は99.9%であった。光線透過率の面内ばらつきは0.92%、偏光度の面内ばらつきは0.10%であった。

【0024】比較例3

実施例1と同じ材料を使用し、フィルム表面温度120℃で熱風乾燥を行い、ポリビニルアルコールフィルムの含水率を2.0%とした以外は、実施例1と同様に行った。得られた偏光板の光線透過率は42.7%、偏光度は99.9%であった。光線透過率の面内ばらつきは0.81%、偏光度の面内ばらつきは0.12%であった。

【0025】

【表1】

	表面 温度 ℃	含水率 %	光 線 透過率 %	偏光度 %	面内ばらつき %	
					光 線 透過率	偏光度
実施例1	75	2.0	43.3	99.9	0.05	0.01
実施例2	85	1.1	42.9	99.9	0.04	0.01
実施例3	75	3.6	43.1	99.9	0.05	0.01
比較例1	75	4.5	42.9	99.9	0.80	0.07
比較例2	75	6.3	42.8	99.9	0.92	0.10
比較例3	120	2.0	42.7	99.9	0.81	0.12

(5)

特開平10-39137

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B 2 9 L 7:00

11:00